

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 57108041
PUBLICATION DATE : 05-07-82

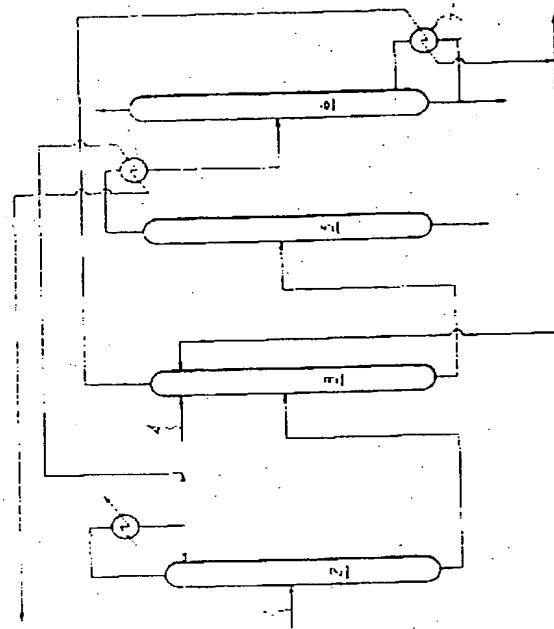
APPLICATION DATE : 25-12-80
APPLICATION NUMBER : 55184499

APPLICANT : MITSUBISHI GAS CHEM CO INC;

INVENTOR : IINO TADASHI;

INT.CL. : C07C 87/08 C07C 85/26

**TITLE : DISTILLING AND SEPARATING
METHOD OF METHYLAMINE**



ABSTRACT : PURPOSE: To reduce the energy consumption in distilling and separating a methylamine, by using a condensate of an overhead vapor of an ammonia separating column as a cooling medium, and/or using an overhead vapor of a trimethylamine separating column as a heating medium.

CONSTITUTION: A reaction product solution from methanol and NH₃ is fed to an NH₃ separating column 2 to distill off the total amount of NH₃ and trimethylamine partially as an azeotropic mixture from the top of the column 2. The bottoms are then fed to a trimethylamine separating column 3. Water is then added to the column 3, and trimethylamine is obtained from the top thereof. The resultant bottoms are fed to a dehydrating column 5, and mono- and dimethylamines are distilled from the top of the column 5 to obtain water and methanol from the bottom thereof. The overhead liquid is then fed to a mono- and dimethylamine separating column 6 to separate the respective components. In the process, a condensate of the overhead vapor from the NH₃ separating column 2 is partially used as a cooling medium for a distilled vapor of the dehydrating column 5, and/or the overhead vapor of the trimethylamine separating column 3 is used as a heating medium for the bottoms of the mono- and dimethylamine separating column 6.

COPYRIGHT: (C)1982,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁 (JP)
⑫ 公開特許公報 (A)

⑪ 特許出願公開
昭57-108041

⑤ Int. Cl.³
C 07 C 87/08
85/26

識別記号

府内整理番号
7118-4H

⑬ 公開 昭和57年(1982)7月5日
発明の数 1
審査請求 未請求

(全3頁)

④ メチルアミン類の蒸留分離方法

⑪ 特願 昭55-184499
⑫ 出願 昭55(1980)12月25日
⑬ 発明者 金井七郎
新潟市二葉町1-5932
⑭ 発明者 小栗正明
新津市結51
⑮ 発明者 久和正昭

新潟市浜浦町2-55-25
⑬ 発明者 梶田敏夫
新潟市松浜町3396-31
⑭ 発明者 飯野正
新潟市向陽1丁目6-8
⑮ 出願人 三菱瓦斯化学株式会社
東京都千代田区丸の内2丁目5
番2号

明細書

1. 発明の名称

メチルアミン類の蒸留分離方法

2. 特許請求の範囲

得た
メタノールとアンモニアを反応させて反応生成液をアンモニア分離塔に導き該反応生成液からアンモニアの全量とトリメチルアミンの一部を共沸混合物として塔頂から留去し、塔底抜液をトリメチルアミン分離塔に導き塔頂付近より水を加え、水抽出蒸留によりトリメチルアミンを塔頂より留出させ、塔底液を脱水塔に導き塔頂よりモノメチルアミン及びジメチルアミンを留出させることにより水及びメタノールを塔底抜液として分離し、次いで塔頂留出物をモノメチルアミン分離塔に導き塔頂よりモノメチルアミン、塔底よりジメチルアミンを、それぞれ留出物及び引出液として分離するメチルアミン類の蒸留分離方法において、

a) アンモニア分離塔の塔頂留出蒸気を膨脹さ

せて得られる膨脹液の一部を脱水塔の留出蒸気を膨脹させる冷却媒体として使用すること及び/又は

b) トリメチルアミン分離塔の塔頂留出蒸気を、モノメチルアミン分離塔の塔底液の加热媒体として使用することを特徴とするメチルアミン類の蒸留分離方法

3. 発明の詳細な説明

本発明はメチルアミン類の蒸留分離方法に関する。

メチルアミン類はアンモニアとメタノールを脱水触媒存在下気相接觸させて製造することが出来るが、このようにして得られた反応生成物はアンモニア、モノメチルアミン、ジメチルアミン、トリメチルアミン、メタノール及び水の混合物であり、これらを蒸留塔を用い分離する必要がある。通常これらの成分を分離精製するには4-5基の蒸留塔が必要であるが、メチルアミン類各異性体は互いに沸点が接近し、これらを蒸留により分離精製するには塔頂留出蒸気

の脱脂、塔底液の加熱等に多くのエネルギーを必要とする。本発明はこれらエネルギー消費の少ないメチルアミン類の蒸留分離方法を提供するもので、メタノールとアンモニアを反応させて得た反応生成液をアンモニア分離塔に導き反応生成液からアンモニアの全量とトリメチルアミンの一部を共沸混合物として塔頂から留去し、塔底液出液をトリメチルアミン分離塔に導き塔頂付近より水を加え、水抽出蒸留によりトリメチルアミンを塔頂より留出させ、塔底液を脱水塔に導き塔頂よりモノメチルアミン及びジメチルアミンを留出せることにより水及びメタノールを塔底液出液として分離し、次いで塔頂留出物をモノ・ジメチルアミン分離塔に導き塔頂よりモノメチルアミン、塔底よりジメチルアミンを、それぞれ留出物及び出液として分離するメチルアミン類の蒸留分離方法において、
a) アンモニア分離塔の塔頂留出蒸気を膜縮させて得られる膜縮液の一部を脱水塔の留出蒸気を膜縮させる冷却媒体として使用すること

- 3 -

ミン分離塔8に導き、塔頂より水4を加え抽出蒸留を行なう。添加する水の量は液組成、温度等によつても異なるが、大体導入液中のアルカリ分の5~20倍モル程度が適当である。かくて塔頂からはトリメチルアミンが分離され、塔底液出液は脱水塔5に導かれる。脱水塔は段数20段以上、還流比5以上、圧力5~1.5kg/cm²の条件下で操作され、塔頂からモノメチルアミン及びジメチルアミンが留出される。出液は水及び少量のメタノールでありそのまま脱出される。脱水塔塔頂留出物は段数40段以上、還流比1以上、圧力5~1.0kg/cm²の条件下で操作されるモノ・ジメチルアミン分離塔6に導き塔頂よりモノメチルアミン、塔底よりジメチルアミンが分離される。本発明においては以上の工程においてトリメチルアミン分離塔の操作圧をモノ・ジメチルアミンの操作圧よりも2kg/cm²以上、好ましくは3kg/cm²以上高くすることによりモノ・ジメチルアミン分離塔の塔底再沸器7の熱源としてトリメチルアミン分

- 5 -

及び/又は

b) トリメチルアミン分離塔の塔頂留出蒸気を、モノ・ジメチルアミン分離塔の塔底液の加熱媒体として使用する

メチルアミン類の蒸留分離方法である。

本発明を図面に基づいて説明すると、メタノールとアンモニアを反応させて得た反応生成液1は先ず段数20段以上、1.5~2.0kg/cm²の圧力下で操作されるアンモニア分離塔2で未反応アンモニアを分離するが、この際トリメチルアミン及び少量のモノメチルアミンが共沸混合物を形成して同時に留出する。これは水冷却により膜縮させ、一部はアンモニア分離塔に1以上の還流比で還流し残りは反応系に戻すのが通常であるが、本発明においては還流以外の膜縮液を脱水塔5の留出蒸気を膜縮させる冷却媒体として使用したのち反応系へ循環する。一方アンモニア分離塔の塔底から抜き出される出液は段数30段以上、還流比1以上、圧力5~2.0kg/cm²の条件下操作されるトリメチルア

- 4 -

離塔の塔頂留出物を使用するもので、これによりモノ・ジメチルアミン分離塔が必要とする熱量を大いに節減する事が出来る。

実施例

1.8kg/cm² Gにて操作されるアンモニア分離塔に、アンモニア 2,000kg/H、モノメチルアミン 900kg/H、ジメチルアミン 650kg/H、トリメチルアミン 1,500kg/H、反応水 1,500kg/H及び未反応メタノール 20kg/Hを含む反応生成液が仕込まれる。アンモニア分離塔の塔頂よりアンモニア 2,000kg/H、トリメチルアミン 400kg/H、モノメチルアミン 30kg/Hが留出される。これが約9kg/cm² Gの圧力にて操作される脱水塔の塔頂膜縮器に入り約5.6で蒸発し、片や脱水塔の留出蒸気は約6.2で膜縮する。他方アンモニア分離塔からの出液は、1.0kg/cm² Gの圧力にて操作されるトリメチルアミン分離塔に入り、頂部より得られ

- 6 -

るトリメチルアミンが蒸気として $7 \text{ kg/cm}^2 \text{ G}$ で操作されるモノ-ジメチルアミン分離塔の再沸器に入り、全量約 8.4 tにて蒸発され、一方再沸器内部の液は約 7.0 tで沸騰させられる。以上の工程で節約されたスチームは 1.5 Ton/H、冷却水は 9.0 Ton/H であつた。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明方法を実施するための工程図である。

特許出願人

三菱瓦斯化学株式会社

代表者 相川泰吉

- 7 -

第1図

